

**FINE POWDERY CELLULOSE HAVING HIGH SHAPE RETAINABILITY AND ITS SUSPENSION**

**Patent number:** JP9059302  
**Publication date:** 1997-03-04  
**Inventor:** ONOMICHI HIROSHI; NISHIMURA KYO; TANIGUCHI HIROKI  
**Applicant:** DAICEL CHEM IND LTD  
**Classification:**  
- international: C08B15/00  
- european:  
**Application number:** JP19950218933 19950828  
**Priority number(s):**

**Abstract of JP9059302**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain a fine powdery cellulose capable of producing a suspension whose yield stress  $\tau_y$  satisfies a specific relational equation, imparting a slurry, etc., with excellent shape retainability with a small amount of addition and increasing the strength of a gel or a forming, and useful for food, cosmetic, etc.

**SOLUTION:** This suspension is prepared using water as a suspension medium and has a yield stress  $\tau_y$ , satisfying the equation  $\log \tau_y \geq 4.8 \log C - 3.5$ , preferably  $\log \tau_y \geq 4.8 \log C - 2.5$  [C is the concentration of the fine powder in a suspension whose yield stress is determined]. Further, the fine powdery cellulose is preferably a fine fibrous cellulose.

Data supplied from the esp@cenet database - Patent Abstracts of Japan

**BEST AVAILABLE COPY**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-59302

(43) 公開日 平成9年(1997)3月4日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

C 0 8 B 15/00

識別記号

庁内整理番号

F I

C 0 8 B 15/00

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平7-218933

(22) 出願日 平成7年(1995)8月28日

特許法第30条第1項適用申請有り 1995年3月15日、日本木材学会発行の「日本木材学会40周年記念大会発表要旨集」に発表

(71) 出願人 000002901

ダイセル化学工業株式会社

大阪府堺市鉄砲町1番地

(72) 発明者 尾道 浩

兵庫県姫路市網干区新在家940 衣掛寮

(72) 発明者 西村 協

兵庫県姫路市網干区新在家940 衣掛寮

(72) 発明者 谷口 寛樹

兵庫県姫路市網干区津市場406-3

(74) 代理人 弁理士 古谷 馨 (外3名)

(54) 【発明の名称】 保形性の高い微細粉末状セルロース及びその懸濁液

(57) 【要約】

【課題】 少量の添加量でスラリー状物、ペースト状物に優れた保形性を付与でき、またゲル状物、成形物の強度を向上させる微細粉末状セルロースまたはその懸濁液を得る。

【解決手段】 懸濁液にした時の降伏応力 $\tau_v$ と固形分濃度Cとの関係が、下記の式(1)、好ましくは式(2)を満たす微細粉末状セルロース。

$$\log \tau_v \geq 4.8 \log C - 3.5 \quad (1)$$

$$\log \tau_v \geq 4.8 \log C - 2.5 \quad (2)$$

BEST AVAILABLE COPY

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 その懸濁液の降伏応力 $\tau_0$ が下記式を満足する微細粉末状セルロース。

$$\log \tau_0 \geq 4.8 \log C - 3.5$$

C：降伏応力測定時の微細粉末の濃度（重量％）

【請求項2】 その懸濁液の降伏応力 $\tau_0$ が下記式を満足する微細粉末状セルロース。

$$\log \tau_0 \geq 4.8 \log C - 2.5$$

C：降伏応力測定時の微細粉末の濃度（重量％）

【請求項3】 微細粉末状セルロースが、微小繊維状セルロースである請求項1又は2記載の微細粉末。

【請求項4】 請求項1～3の何れか1項記載の微細粉末状セルロースを含む懸濁液。

【請求項5】 懸濁液の分散媒体が水である請求項4記載の懸濁液。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は保形性の良い微細粉末状のセルロースに関するものであり、更に詳しくは各産業分野において必要とされる、懸濁液またはペーストにしたときに優れた保形性を実現する微細粉末状セルロースに関するものである。

## 【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】微細粉末状のセルロース等の懸濁液が粘稠な流動特性を示すことはよく知られている。しかし、懸濁液の多くは粒子状で、その懸濁液のレオロジー的性質は、高固形分濃度の懸濁液を調製することにより達成される。即ち、低固形分濃度では粘性が低く、保形性が低いことを意味している。このことは、各産業分野において、微細粉末の懸濁液を、スラリー状物、ペースト状物の保形性の向上やゲル状物、成形物の補強を目的として使用するには多くの添加量が必要となり、好ましくない。

## 【0003】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、微細粉末状セルロースの水懸濁液のレオロジー特性とスラリー状物、ペースト状物の保形性やゲル状物、成形物の強度との関係を詳しく検討した結果、懸濁液の降伏応力 $\tau_0$ が一定レベル以上のものが優れた効果を発現することを見出し、本発明を完成した。

【0004】即ち、少量の添加量でスラリー状物、ペースト状物の保形性やゲル状物、成形物の強度に対して優れた改良効果を実現するためには、使用する微細粉末状セルロースを懸濁液にした時の降伏応力 $\tau_0$ と固形分濃度Cとの関係が式(1)

$$\log \tau_0 \geq 4.8 \log C - 3.5 \quad (1)$$

好ましくは式(2)、

$$\log \tau_0 \geq 4.8 \log C - 2.5 \quad (2)$$

を満たせばよいことを見出した。

【0005】降伏応力 $\tau_0$ と固形分濃度Cとの関係が式

(1)、好ましくは式(2)を満たしていない場合、目標とするスラリー状物、ペースト状物の保形性やゲル状物、成形物の強度を得るために、多くの添加量が必要となり好ましくない。本発明でいう降伏応力 $\tau_0$ は以下の方法で求める。各固形分濃度（重量％）に調製した懸濁液を、二重円筒粘度計(Haake社製)を用い、25°Cで、せん断速度を1分間に一定の上昇速度で0 s<sup>-1</sup>から100 s<sup>-1</sup>まで次第に上げる測定を行う。得られた流動曲線上のせん断速度30 s<sup>-1</sup>以上の点でCassonプロットを作成し、直線関係に従う領域をせん断速度0 s<sup>-1</sup>へ外挿して求めた降伏応力を $\tau_0$ とする。

【0006】本発明の微細粉末を構成する材料は、セルロース、セルロース誘導体であり、これらは食品、紙、医薬・化粧品等、工業分野の広きにわたって有用である。本発明の微細粉末状セルロースは、乾燥状態で使用してもよいし、懸濁液で使用してもよい。懸濁液の媒体としては、特に限定されないが、水、ジメチルスルフォキシド、グリセリン、及び低級アルコールのような有機溶媒が挙げられる。扱い易さ、安全性の点で水が媒体として優れている。

【0007】本発明の微細粉末状セルロースまたはその懸濁液を得る方法としては、高圧ホモジナイザー（特公昭60-19921号）、マスコロイダー（特願昭3-68049号）、ディスクリファイナー、ホモミキサー等分散液の状態で微細化する方法を含めて、実施の際に使える繊維質材料微細化技術の中から所望の降伏応力が得られるものを基準に選べばよい。高圧ホモジナイザーは、特に有力な手段である。これを用いた方法としては、繊維状物質の懸濁液を、少なくとも100 kg/cm<sup>2</sup>の圧力差で小径オリフィスを通して、高速で器壁に衝突させて急速に減速させる操作を繰り返すことにより、繊維状物質の軸方向に強力なせん断を加えて微細化し、安定な懸濁液を得る方法が挙げられる。微細粉末状セルロースを構成する材料を媒体中に懸濁させ、高圧ホモジナイザー内を循環させる。この時、付加圧力と循環回数を調節することにより、式(1)好ましくは式(2)を満足する懸濁液を得ることができる。上記方法により得られた懸濁液は、そのまま使用してもよいし、濃縮または乾燥したものを使用してもよい。ただし、濃縮または乾燥の際には、再分散性を維持するため第三成分を添加するとよい。水懸濁液の第三成分としては、グルコース、蔗糖、澱粉、デキストリン、ペクチン、ローカストビーンガム、アラビアガム、カラギーナン、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロースなど単糖類、多糖類及び多糖類の水溶性誘導体、グリセリン、プロピレングリコールなど多価アルコール類、ホルムアミド、ジメチルホルムアミドなど酸アミド類、未処理の粉末などが優れている。

【0008】本発明の微細粉末状セルロース又はその懸濁液は、それ自体が優れた保形性を有するものである

が、これを食品、医薬品、化学品、化粧品、製紙業等の各種分野で用いられるスラリー、ペースト状物、ゲル状物、成形物に添加することにより、それらの保形性や強度を改良することができる。

【0009】

【発明の実施の形態】次に本発明を実施例により説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0010】実施例1

水を媒体とし、精製セルファイトバルブ(α-セルロース含量92~93%、重合度1050~1070)を上記の高圧ホモジナイザーを用いて微小繊維状セルロース懸濁液を製造し、懸濁液1(固形分濃度2%)及び懸濁液2(同4%)を調製した。また、粉末状バルブ(α-セルロース含量75~80%、平均粒径20μm)を高圧ホモジナイザーを用いて同様に処理し、懸濁液3(同4%)を調製した。それぞれについて流動性測定を行い、得られた降伏応力 $\tau_y$ (Pa)を図1に示した。

【0011】参考例1

実施例1で得られた各種懸濁液を漬物(ふすま漬け)用増粘剤として使用し、漬床の保形性を評価した。水洗いした大根を塩漬けた下漬け大根70kgを下記の組成からなる漬床に7日間漬け込み、漬床の状態を観察した。その結果を表1に記載した。比較品1は微結晶セルロース(商品名:アビスルPH 101、旭化成工業(株)製)の4%水分散液を増粘剤として用いた。また比較品1の微結晶セルロースの水分散液の降伏応力は、図1に示したように、式(2)の図面下側の領域に当てはまる。

<ふすま床組成>

ふすま	5 kg
トウモロコシ皮	5 kg
食塩	1.5 kg
甘草	50 kg
みりん	50 g
リンゴ酸	50 g
グルタミン酸ソーダ	100 g
増粘剤(表1)	100 g
水	5 kg

なお、漬床の保形性の評価は、触った感触及び外観の目視にて判定した。その評価基準は以下の通りである。

◎:非常に優れた保形性と適度な粘性を示す。

○:比較的良好な保形性と粘性を示す。

×:保形性と粘性が劣悪である。

【0012】

【表1】

	増粘剤	漬床の保形性
本発明品1	懸濁液1	◎
本発明品2	懸濁液3	○
比較品1	微結晶セルロース	×

【0013】参考例2

実施例1で得られた懸濁液を卵白と混合してゼリー状のセルロース系食品改良剤を調製し、その強度を評価した。卵白、微細粉末状セルロースの懸濁液及び水を下表2の組成でよく攪拌して混合し、1日静置して気泡を除いた後、得られた混合物のゼリー強度を表2に示した。レオメーター(不動工業(株)社製)を使用し、直径7mmの球を1mm/minの速度で試料に押し込み、得られた最大応力を押し込んだ深さで割った値をゼリー強度とした。比較品2には粉末バルブ(α-セルロース含量75~80%、平均粒径30μm)の4%水分散液を用いた。また比較品2で用いた粉末バルブの水分散液の降伏応力は、図1に示したように、式(2)の図面下側の領域に当てはまる。

【0014】

【表2】

配合量(重量%)	本発明品3	本発明品4	比較品2
卵白	80	80	80
懸濁液2	4	—	—
懸濁液3	—	4	—
粉末バルブ	—	—	4
水	16	16	16

【0015】

【表3】

	ゼリー強度( $\rho/\text{cm}$ )	
	15分間沸騰後	5℃・1週間保存後
本発明品3	92	151
本発明品4	80	137
比較品2	48	122

【0016】参考例3

実施例1で得られた懸濁液を紙力強化剤として使用し、紙力の評価を行なった。平均繊維長1mm、平均繊維径約10μmのガラス繊維と叩解度22~23°SRのリンターを原料とし、そのスラリーに懸濁液1又は3を添加して、密度0.3g/cm<sup>3</sup>程度となるように調整して、手抄きの含浸加工原紙を作製した。得られた紙の乾強度(引っ張り強度)を表4に示した。表4中の懸濁液1又は3の添加量は固形分換算値である。

【0017】

【表4】

		原料組成	米坪量 $\text{g}/\text{m}^2$	厚さ $\mu\text{m}$	密度 $\text{g}/\text{cm}^3$	引張強さ $\text{kg}/15\text{mm}$
本 発 明 品	5	ガラス繊維 47.5%	120.2	353.3	0.34	0.83
		リンター 47.5%				
		懸濁液 1 5%				
	6	ガラス繊維 47.5%	121.4	378.5	0.30	0.47
		リンター 47.5%				
		懸濁液 3 5%				
比 較 品	3	ガラス繊維 50%	121.6	399.5	0.30	0.30
		リンター 50%				

【0018】

【発明の効果】本発明による保形性の高い微細粉末状セルローズまたはその懸濁液は、少量の添加でスラリーやペースト状物に優れた保形性を付与し、またゲル状物や\*

\*成形物の補強効果を実現することができるため、産業分野の広きにわたって使用することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】降伏応力と濃度の関係を示すグラフ

【図1】

